

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-345621

(43)Date of publication of application : 27.12.1993

(51)Int.Cl.

C03B 8/04  
C03B 20/00  
C03B 37/018  
G02B 6/00

(21)Application number : 04-151886

(71)Applicant : SUMITOMO ELECTRIC IND LTD

(22)Date of filing : 11.06.1992

(72)Inventor : DANZUKA TOSHIO

OGA YUICHI

KAGEYAMA MASAYA

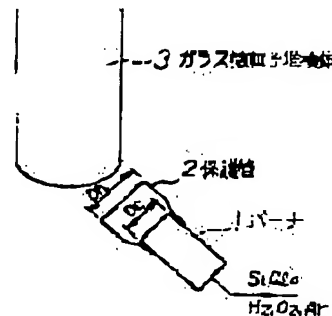
### (54) PRODUCTION OF GLASS ARTICLE

(57)Abstract:

**PURPOSE:** To prevent cracks from occurring by installing a protecting pipe at the tip of a synthetic burner, regulating the ratio of the outlet inside diameter to the inside diameter of the outermost port in a combustion gas blowoff port of the synthetic burner to a specific value and limiting the spreading of a flame.

**CONSTITUTION:** A raw material gas such as  $\text{SiCl}_4$  is made to flow from the center of a concentric multitubular pipe burner 1 having a protecting pipe 2 installed at the tip thereof and a fuel gas such as  $\text{H}_2$ , a combustion controlling gas such as Ar and a combustion improving gas such as  $\text{O}_2$  are made to flow on the outside thereof at a gas flow velocity  $V=QT/[1/4\pi D_h^2]$  (QT is the total gas flow rate;  $D_h$  is the outlet inside diameter of the protecting pipe) within the range of 0.75-1.25 ( $\text{m}^3/\text{sec}$ ). Thereby, a multiple flame is formed. The inside diameter ( $D_h$ ) of the protecting pipe 2 is regulated to  $1.9 \leq D_h/DC \leq 1.15$  based on the inside diameter (DC) of the outermost port in the combustion

gas blowoff port of the burner 1. As a result, the spreading of the flame is limited and glass fine particles produced by the flame hydrolytic reaction in the flame are deposited on a rotating starting rod to form a glass fine particle deposit 3, which is then heated at 1500-1650° C to afford the objective glass article without causing cracks.



### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision  
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-345621

(43)公開日 平成5年(1993)12月27日

(51)Int. Cl.<sup>1</sup>

識別記号

庁内整理番号

FI

技術表示箇所

C 0 3 B 8/04

20/00

37/018

A

C

G 0 2 B 6/00

3 5 6 A 7036-2 K

審査請求 未請求 請求項の枚数 6

(全6頁)

(21)出願番号

特願平4-151886

(22)出願日

平成4年(1992)6月11日

(71)出願人

000002130

住友電気工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号

(72)発明者

塚塚 俊雄

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電

気工業株式会社横浜製作所内

(72)発明者

大賀 裕一

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電

気工業株式会社横浜製作所内

(72)発明者

景山 昌弥

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電

気工業株式会社横浜製作所内

(74)代理人

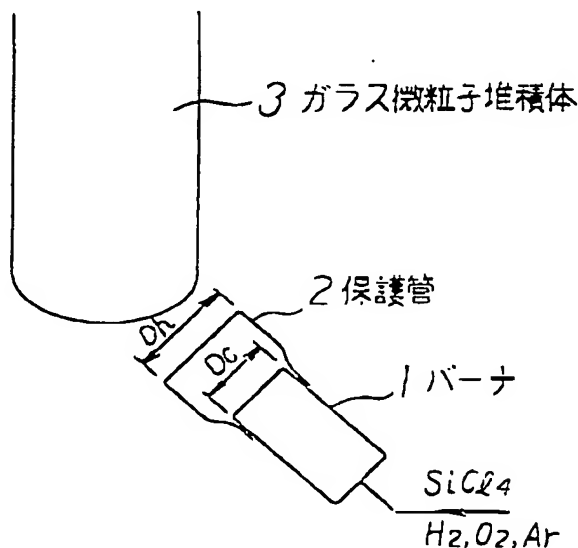
弁理士 内田 明 (外2名)

(54)【発明の名称】 ガラス物品の製造方法

(57)【要約】

【目的】 光ファイバ用プリフォーム等に好適な高純度石英系ガラス物品の新規な製法を提供する。

【構成】 VAD法、OVD法等の気相法により出発棒にガラス微粒子堆積体を堆積させる方法において、合成用バーナ先端に保護管を設置し、且つ該保護管の出口内径 $D_2$ は合成用バーナの燃焼ガス噴き出し口最外ポートの内径 $D_1$ に対し $1/4 \leq D_2/D_1 \leq 1/65$ を満たすことにより火炎の広がり制限してガラス微粒子を生成させる。クラック等の発生なくガラス微粒子堆積体を高速合成できると共に高温炉で焼結の際のクラック発生もなくなるので、良質のガラス物品を生産性向上して製造できる。



(2)

特開平5-345621

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ガラス原料ガスを合成用バーナで形成される火炎中で火炎加水分解反応あるいは酸化反応させガラス微粒子を生成し、該ガラス微粒子を回転しつつ合成用バーナと相対的に移動する出発棒の先端あるいは外周に堆積させガラス物品を製造する方法において、合成用バーナの先端に保護管を設置し、且つ該保護管の出口内径 $D_1$ は合成用バーナの燃焼ガス噴き出し口最外ポートの内径 $D_2$ に対し $1.4 \leq D_1/D_2 \leq 1.65$ を満たすことにより火炎の広がり制限してガラス微粒子を生成させることを特徴とするガラス物品の製造方法。

【請求項2】 上記保護管が火炎噴出方向に内径が拡大した形状であることを特徴とする請求項1記載のガラス物品の製造方法。

【請求項3】 上記合成用バーナから噴出する全ガス流量 $Q_1$ を、上記保護管の出口内径 $D_1$ で規定される流速 $v = Q_1 / (1/4 \cdot \pi \cdot (D_1)^2)$ に対し、 $0.75 \leq v \leq 1.25$  (m/sec)を満たすように調整することを特徴とする請求項1または請求項2記載のガラス物品の製造方法。

【請求項4】 上記保護管が石英ガラスからなることを特徴とする請求項1ないし請求項3のいずれかに記載のガラス物品の製造方法。

【請求項5】 上記合成用バーナとして、中心にガラス原料ガス、燃料ガス、助燃性ガスからなるガラス微粒子合成用火炎を形成し、この外周に燃料ガスおよび助燃性ガスからなる母材加熱用火炎を少なくとも1つ以上形成し、且つ母材加熱用火炎の噴出口がガラス微粒子合成用火炎の噴出口に対して火炎の噴出方向に突き出しているバーナを用いることを特徴とする請求項1ないし請求項4のいずれかに記載のガラス物品の製造方法。

【請求項6】 上記出発棒としてコアからなる、またはコアとクラッドの一部とからなる透明ガラス棒を用い、光ファイバ用プリフォームを製造することを特徴とする請求項1ないし請求項5のいずれかに記載のガラス物品の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

(0001)

【産業上の利用分野】 本発明は高純度の石英系ガラス物品の製造方法に関し、光ファイバ用プリフォームなどに使用する高純度ガラスの製造に特に適する方法である。

(0002)

【従来の技術】 高純度石英ガラス、特に光ファイバ用プリフォームに用いられるガラス物品は、金属不純物などの混入を防ぐため、液体状ガラス原料例えば $SiCl_4$ 、 $SiHCl_3$ などを気化しガス状とした後、高純度の酸素または酸化水を燃料、高純度の酸素を助燃性ガスとして形成した火炎中に導入し、加水分解反応あるいは酸化反応によりガラス微粒子を生成し、これをターゲットである出発棒（ロッド）に堆積させ、ガラス微粒

子堆積体を合成し、これを高温炉で透明ガラス化する、いわゆる気相合成法で製造されている。VAD法（Vapour-phase axial deposition method）あるいはOVD法（Outside Vapour-phase deposition method）などが一般的である。この方法で製造した光ファイバ用プリフォームなどに用いるガラス物品は、透明化前に脱水処理によりOH基を除去することもある。

(0003) 出発棒の先端にガラス微粒子を堆積させガラス微粒子堆積体を合成した場合には、純石英の円柱状のガラス物品を得ることができる。一方、ここで原料ガスに屈折率を変化させるドーパント例えば $GeCl_4$ を混入すれば屈折率の高いコア材を得ることができる。また、コアまたはコアとクラッドの一部とを有するガラス状の出発棒の外周にガラス微粒子堆積体を作成した場合には、クラッドまたは第2クラッド（ジャケットとも言う）を形成し、光ファイバ用プリフォームを作成することができ、これをファイバに紡糸すれば光ファイバが得られる。

(0004) ここで火炎を形成するバーナには、一般的に同心円状多重管バーナが用いられ、ガラス微粒子堆積体の合成速度（単位時間当たり合成されるガラスの重量）を上げるためには、ガラス原料ガスと燃料ガスおよび助燃性ガスからなるガラス微粒子合成用火炎と、その外周に位置する母材加熱用火炎が少なくとも1組以上ある、いわゆる多重火炎バーナが用いられる。一般的にこのバーナの先端には、火炎の広がりを調整し、外乱による火炎のゆらぎを防止するため、保護管が設置される。例えば、特開昭56-45842号公報には保護管を付けて保護管の長さを調整することにより火炎中のドーパントの拡散を制御する方法を記載しており、特開昭57-7834号公報には保護管を設置することで外乱による火炎の揺動を防止することを記載している。更に特開昭57-11843号公報では保護管を旋回し、さらに火炎を安定化させる方法について示されている。また特開昭63-79055号公報では、保護管を2重とし、それぞれの長さを調整することにより火炎中で形成されるガラス微粒子の拡散を制御する方法が提案されている。以上の従来法ではいずれも火炎を外乱からまもり、且つ火炎中のドーパントあるいは生成されるガラス微粒子の拡散を制御するための保護管が提案されている。

(0005)

【発明が解決しようとする課題】 従来、この種の構成でガラス微粒子堆積体の合成を行っていたが、ガラス物品の生産性向上を図るため、近年、ガラス微粒子堆積体の合成速度を上げる試みがなされ、こうした要求から前述した多重火炎バーナが提案されている。ところが、ガラス微粒子堆積体の合成に際し、出発棒にガラス微粒子を堆積しはじめた初期の段階で、ガラス微粒子堆積体にクラックが生じる、あるいは合成したガラス微粒子堆積体

3

を高温炉で透明ガラス化した際、ガラス微粒子の堆積開始端近傍でクラックが発生するという問題点が顕発した。これはガラス微粒子堆積体のかさ密度（空孔部も含めた単位体積当たりの重量であり、硬さを表す）の不均一に負うところが大きく、堆積時に加熱される温度が、堆積開始端と定常部で異なることに起因している。すなわち、図2に示すようにVAD法で出発棒5の外周にガラス微粒子堆積体6を合成する場合、堆積の開始端である上部には火炎で十分加熱されずに堆積してしまう軟らかい層7（図2中斜線で示す）が生じてしまい、このためス中の熱応力（母材が冷却されていく過程で生ずる）により、堆積時にクラックが生じる。クラックが生じなかった場合にも透明ガラス化時にはかさ密度の差により収縮率が異なるため、大きくかさ密度に差がある場合には、やはりクラックが生じてしまう。これを防ぐため、ガラス微粒子堆積時の燃料ガス、助燃性ガス、原料ガスなどの流量条件あるいはバーナ1の位置を変えるなどの対策を打ってきたが、一時的には効果はあるものの、本質的解決とはならず、製品に対応して条件を変えると再度同じ問題が発生したり、また再現性に欠けたりしていた。なお、図中の4は保護管を示す。本発明は、このような問題を解決したガラス物品の製造方法を提供することを目的としている。

【0006】

【課題を解決するための手段】

【0007】上記課題を解決するための手段として、本発明は、ガラス原料ガスを合成用バーナで形成される火炎中で火炎加水分解反応あるいは酸化反応させガラス微粒子を生成し、該ガラス微粒子を回転しつつ合成用バーナと相対的に移動する出発棒の先端あるいは外周に堆積させガラス物品を製造する方法において、合成用バーナの先端に保護管を設置し、且つ該保護管の出口内径内径 $D_1$ には合成用バーナの燃焼ガス噴き出し口最外ポートの内径 $D_2$ に対し $1.4 \leq D_1/D_2 \leq 1.65$ を満たすことにより火炎の広がり制限してガラス微粒子を生成させることを特徴とする。本発明において、上記保護管は火炎噴出方向に内径が拡大した形状であることが特に望ましい。また本発明において、上記合成用バーナから噴出する全ガス流量 $Q$ を、上記保護管の出口内径 $D_1$ で規定される流速 $v = Q / (1/4 \cdot \pi \cdot (D_1)^2)$ に対し、 $0.75 \leq v \leq 1.25$  (m/sec)を満たすように調整することも特に望ましい。本発明の特に好ましい実施態様として、上記合成用バーナとして、中心にガラス原料ガス、燃料ガス、助燃性ガスからなるガラス微粒子合成用火炎を形成し、この外周に燃料ガスおよび助燃性ガスからなる母材加熱用火炎を少なくとも1つ以上形成し、且つ母材加熱用火炎の噴出口がガラス微粒子合成用火炎の噴出口に対して火炎の噴出方向に突き出しているバーナを用いることを挙げることができる。本発明の上記保護管としては石英ガラスからなるものを用いること

(3)

特開平5-345621

4

ができる。また、本発明の上記出発棒としてはコアとなる、またはコアとクラッドの一部とからなる透明ガラス棒を用い、光ファイバ用プリフォームを製造することができる。

【0008】

【作用】本発明者らは、バーナ先端に付設する保護管を種々変え、ガラス微粒子堆積体を合成する際のかさ密度、およびかさ密度を決定する因子となるガラス微粒子堆積体合成時の表面温度分布との関係を調査した。表面温度分布は図3の構成で2次元放射温度計8を用いて測定し、ガラス微粒子堆積体6の中心軸方向の温度分布として整理した。この結果、以下の事実が明らかになった。クラックが発生する場合には、図4のような温度分布になっている。すなわち、高温極大値が上下2カ所に存在し、かつ上部の温度が高いことがわかった。比較的クラックの生じない場合には図5に示すように温度分布は上方の極大値が低くなっていることがわかった。

【0009】ガラス微粒子堆積体を堆積させる際には、ガラス微粒子の堆積に合わせて出発棒5を回転しつつ引き上げ、ガラス微粒子堆積体6を合成する。このため、ガラス微粒子堆積体6の堆積開始時にガラス微粒子堆積体の成長が遅いと、すなわち、火炎に直接加熱され大部分のガラス微粒子が付着する。堆積面へのガラス微粒子の付着が少ない場合には付着しなかったガラス微粒子はガラス微粒子堆積体の上端にまわり込みあまり加熱されないまま、堆積することになると考えられる。従って図4のような温度分布をしている場合には、極大値を2つ持ち、かつ上部の温度が高いと、上端部にガラス微粒子が付着しやすくなり、ガラス微粒子堆積体は下部より上部が大きくなる傾向がある。こうなるとガラス微粒子堆積体はなかなか成長せず、上部に付着したガラス微粒子堆積体はますます大きくなってしまふ。上部の温度が高いといっても上端は完全に火炎で包まれている訳ではなく、このため柔らかい層が大きくなってしまふことにより、図2に示したごとくかさ密度の低いやわらかい層7を形成しやすくなる。逆に図5のような温度分布の場合には、上部の温度が低く、下部の温度が比較的高いため、下部のガラス微粒子堆積体の成長は速く、上端に柔らかい層を形成しにくくなる。言い換えれば、かさ密度の低い層を形成する前にガラス微粒子堆積体は成長し、引き上げられることになる。

【0010】この結果から、ガラス微粒子堆積体の温度分布を図5のような理想的形状となるようにバーナ温度あるいは流量条件を変えたが、最終的には図1または図6に示すごとく、バーナ1の先端に設置する保護管2の出口内径 $D_1$ と、バーナ1の燃焼ガス噴出口最外ポートの内径 $D_2$ との比 $D_1/D_2$ が、1.4から1.65の範囲、望ましくは1.45から1.55の範囲内とすることにより実現できることを見いだした。 $D_1/D_2$ が1.4よりも小さくなると、図4のような温度分布と

(4)

特開平5-345621

5

なってしまう、どのように条件を変えても改善することはできなかった。また、1.65より大きくしてしまうと火炎が広がりすぎるため、やはり図5の上方の温度ピークが下がってしまい、結局平坦な温度分布になってしまう。また火炎中心を流れるガラス微粒子の流れも広がりすぎるため、原料収率（バーナに投入するガラス原料ガスから計算される生成ガラス微粒子に対して堆積するガラス微粒子の割合）が低下することになることがわかった。これは、火炎が保護管内で適当に拡大し、温度分布が最適になるためと考えられる。なお、従来の保護管付きバーナでは $D_h$ は通常20~80mmで、 $D_h$ より約5mm程度大きい。従って $D_h/D$ は1.06~1.25程度である。

【0011】また、バーナから噴出するガス流速 $v$ を、ガス全流量 $Q$ と保護管出口内径 $D_h$ で $v=Q/[(1/4)\pi(D_h)^2]$ と定義すると、 $0.75\leq v\leq 1.25$ 、好ましくは $0.85\leq v\leq 1.15$ となるように流量を調整することにより、更に効果が上げられることがわかった。流量が多くなり流速が遅くなると保護管内での火炎の拡大効果が小さくなる。すなわち、十分拡大しないうちに堆積面に到達してしまうため、堆積温度分布はやはり図4の如くになってしまう。逆に流速が遅いと保護管の出口径 $D_h$ が大きいときと同じ効果で平坦な温度分布となりやすいと考えられる。

【0012】バーナとして多重管バーナを用いた場合には、母材加熱用火炎のみを効果的に調整できるため、本発明の効果をより高めることができる。また、本発明は多重管バーナを用い、コアあるいはコアとクラッドの一部とを有するガラス状出発母材の外周に高合成速度でガラス微粒子堆積体を合成する場合に、なお効果的である。また、本発明の構成でガラス微粒子堆積体を合成したところ、原料収率が向上するという効果もあった。本発明で製造したガラス微粒子堆積体を温度1500℃から1650℃の範囲で加熱することにより透明なガラス物品が得られる。

【0013】

【実施例】

実施例1

同心円状12重管バーナを用いた。このバーナは中心からガラス原料ガスとしてSiCl<sub>4</sub>を流し、その外側に燃料ガスとして水素、燃焼制御用ガスとしてアルゴン、助燃性ガスとして酸素を流し、さらに外側にアルゴン、水素、アルゴン、酸素の順で2組の母材加熱用火炎が形成される構造となっている。本バーナの燃焼ガス最外層ポートは第12層目で酸素ガスを流すが、この12本目のパイプの内径は72mmであった。このため保護管は図1に示す構成で、バーナとの取り付け部内径を76mm、噴出口内径 $D_h$ を110mm、バーナからの突き出し長さを70mmに設置した。材質は石英ガラスとした。ガス流量は、水素290リットル/分、酸素240

6

リットル/分、アルゴン40リットル/分、ガラス原料ガス18リットル/分とした。全ガス流量は588リットル/分となり、 $v$ は1.03m/secと、本発明の限定範囲を満たしている。この構成により、VAD法により合成し透明ガラス化したコアとクラッドの一部とを含むガラスロッドの外周に、さらにガラス微粒子を堆積した堆積体を10本合成したところ、ガラス微粒子堆積体のクラックおよび透明ガラス化時のクラックは全く発生しなかった。このときの原料収率は58%であった。なお、透明化は1600℃で加熱することにより実施した。

【0014】比較例1

実施例1と殆ど同じ構成で、保護管としてバーナ取り付け部76mm、噴出口96mmのものを用い、コアとクラッドの一部とを含むガラスロッドの外周にガラス微粒子堆積体を合成した。この結果、10本のうち2本が合成中に、また6本が透明化中にクラックの発生をみた。なお、透明化温度は1600℃である。原料収率は47%と低いものであった。 $D_h/D=1.33$ （本発明の範囲外）、 $v=1.35$ m/secである。

【0015】比較例2

実施例1と殆ど同じ構成で、保護管としてバーナ取り付け部76mm、噴出口125mmのものを用い、コアとクラッドの一部とを含むガラスロッドの外周にガラス微粒子堆積体を合成した。この結果、10本のうち3本が合成中に、また4本が透明化中にクラックの発生をみた。なお、透明化温度は1600℃である。原料収率は44%と大幅に低下した。 $D_h/D=1.74$ （本発明の範囲外）、 $v=0.80$ m/secである。

【0016】実施例2

同心円状16重管バーナを用い、中心からガラス原料ガスSiCl<sub>4</sub>を流し、その外側に水素、アルゴン、酸素を流し、ガラス微粒子合成用火炎を形成し、その外側にさらにアルゴン、水素、アルゴン、酸素の母材加熱用火炎の組合わせを3組つくるようにガスを流した。燃焼ガス酸素の最外層第16ポートを形成する16本目のパイプの内径は96mmであった。このバーナにやはり図1に示す形状で、バーナ取り付け部内径が100mm、噴出口の内径 $D_h$ が145mmの石英ガラス製の保護管を設置した。 $D_h/D=1.51$ である。この構成で水素440リットル/分、酸素380リットル/分、アルゴン90リットル/分、ガラス原料ガス19リットル/分とした。全ガス流量は929リットル/分となり、 $v$ は0.94m/secと、本発明のとりわけ望ましい範囲を満たしている。この構成で出発棒の先端からガラス微粒子堆積体を合成し、円柱状の母材を形成した。1600℃で透明化した。この方法では10本の母材を合成したが、10本とも良好な透明ガラス物品を得ることができた。原料収率は56%と良好であった。

【0017】実施例3

(5)

特開平5-345621

7

8

同心円状8重管バーナを用い、中心からガラス原料ガスとして $\text{SiCl}_4$ 、その外側に水素、アルゴン、酸素をこの順に流し、ガラス微粒子合成用火炎を形成し、その外周に内側から順にアルゴン、水素、アルゴン、酸素を流した。本バーナの8ポート目の酸素吸出口を形成する8本目のパイプの内径は40mmであった。ここに図6に示すような保護管を取り付け、コアとクラッドの一部とを有する出発棒の外周にガラス微粒子堆積体を合成した。保護管のストレート部内径は45mm、出口先端の内径は61mmであり、 $D_t/D_o = 1.53$ である。ガス流量を水素72リットル/分、酸素63リットル/分、アルゴン14リットル/分、 $\text{SiCl}_4$  7リットル/分とした。ガス全流量は156リットル/分となり、 $v$ は0.89m/secとなった。この構成で10本ガラス微粒子堆積体の合成を行い、1620°Cで加熱透明化したところ、すべて透明なガラス物品となった。このガラス物品は光ファイバ用プリフォームとして良好なものであった。原料収率も58%と良好であった。

【0018】以上の実施例では同心円状バーナについて説明したが、円状、同心に関係なく、保護管を取り付ける場合には、同じ効果が得られる。

【0019】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば火炎により加熱されるガラス微粒子堆積体の温度分布が、柔らかい体積体部分をつくらぬような適当な分布とな

り、クラックの発生しない良好なガラス物品を製造することができる。従って本発明は、特に光ファイバ用プリフォームに好適に使用できるガラス物品の製造に効果的である。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の保護管の一具体例における構成を示す概略図である。

【図2】従来法による構成において、柔らかい層の形状状態を説明する概略図である。

【図3】2次元放射温度計での温度測定の実施態様を示す概略図である。

【図4】柔らかい層が形成される場合の温度分布を示すグラフ図である。

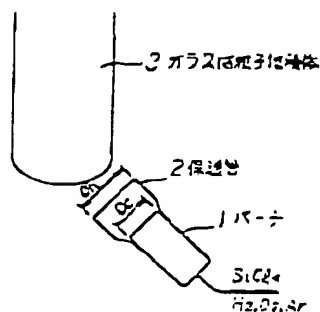
【図5】良好な温度分布を示すグラフ図である。

【図6】本発明の他の具体例における保護管形状を示す概略図である。

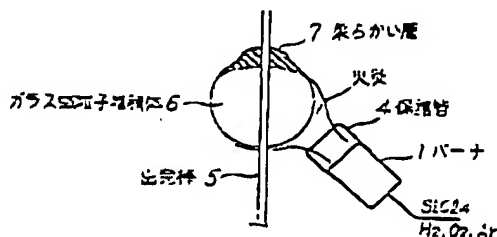
【符号の説明】

- 1 バーナ
- 2 保護管
- 3 ガラス微粒子堆積体
- 4 保護管
- 5 出発棒
- 6 ガラス微粒子堆積体
- 7 ガラス微粒子堆積体の柔らかい部分
- 8 2次元放射温度計

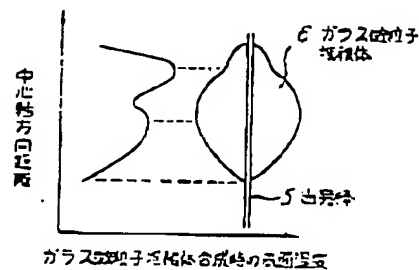
【図1】



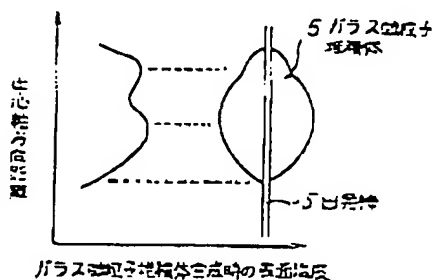
【図2】



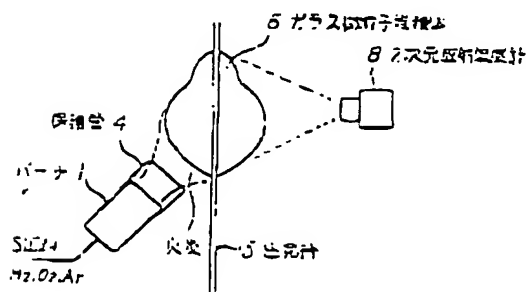
【図4】



【図5】



【図3】



(5)

特開平 5 - 3 4 5 6 2 1

【図 6】

